PUISSANCE DU CANADA

MINISTÈRE FÉDÉRAL DE L'AGRICULTURE

BULLETINS Nos. 1 À 30

1905 À 1907

SÉRIES DU COMMISSAIRE
DE L'INDUSTRIE LAITIÈRE
ET DE LA RÉFRIGÉRATION

MINISTÈRE FÉDÉRAL DE L'AGRICULTURE

DIVISION DU COMMISSAIRE DE L'INDUSTRIE LAITIÈRE ET DE LA RÉFRIGÉRATION

OTTAWA, CANADA

APPAREIL POUR LE DOSAGE DE LA MATIÈRE GRASSE ET DE L'EAU DANS LE BEURRE

PAR

FRANK T. SHUTT, M. A.

Chimiste des fermes expérimentales fédérales

BULLETIN N° 14

Série du commissaire de l'industrie laitière et de la réfrigération

Publié par ordre de l'honorable SYDNEY A. FISHER, Ministre de l'Agriculture, Ottawa.

Février 1907.

1317—1

LETTRE D'ENVOI.

OTTAWA, février 27, 1907.

A l'honorable Ministre de l'Agriculture.

MONSIEUR LE MINISTRE,

J'ai l'honneur de soumettre à votre approbation le bulletin n° 14 de la série du Commissaire de l'Industrie laitière et de la Réfrigération, intitulé " appareil pour le dosage de la matière grasse et de l'eau dans le beurre ", par M. F. T. Shutt, M. A. Chimiste des Fermes Expérimentales, et dans lequel M. Shutt donne le résultat de recherches faites sur ma demande dans le but de déterminer le degré d'exactitude et d'utilité pratique de certains appareils offerts au public et destinés au dosage de la proportion d'eau et aussi de la proportion de matière grasse que renferme le beurre. Depuis la promulgation de la loi sur le beurre de 1903, il y a une demande de la part des fabricants et des commerçants de beurre pour une méthode permettant de déterminer rapidement, et de façon exacte la proportion d'eau contenue dans ce produit. Je considère que les renseignements obtenus au cours de ces recherches offrent une valeur pratique assez grande pour justifier l'impression d'un bulletin spécial. Je me permets donc de recommander la publication de ce bulletin pour distribution générale.

J'ai l'honneur d'être,

Monsieur le ministre,

Votre obéissant serviteur,

J. A. RUDDICK,

Commissaire de l'Industrie Laitière et de la Réfrigération.

APPAREIL POUR LE DOSAGE DE LA MATIERE GRASSE ET DE L'EAU DANS LE BEURRE

PAR FRANK T. SHUTT, M.A.

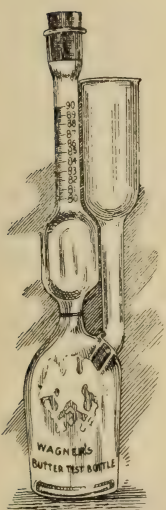
Chimiste des Fermes Expérimentales fédérales.

En 1904, nous faisions l'essai de deux appareils destinés au dosage rapide de l'eau contenue dans le beurre, et qui avaient été inventés en Angleterre : appareil Carroll, (Carroll Tester), et appareil Geldard (Geldard Butter tester). Le premier ne nous parut pas assez sûr pour pouvoir être recommandé, même à ceux qui ne recherchent que des résultats approximatifs. Le second donna des résultats extrêmement satisfaisants, qui concordaient à très peu près avec ceux de l'analyse, chaque fois que l'opération était faite avec un soin suffisant. Un rapport de ces essais a été publié *.

Durant la saison dernière deux nouveaux appareils furent essayés : un pour le dosage de la matière grasse, l'autre pour celui de l'eau contenue dans le beurre. Tous deux proviennent de la verrerie Wagner, (Wagner Glass Works) New-York, E.U.

FLACON WAGNER POUR L'ANALYSE DU BEURRE.

(WAGNER BUTTER TEST BOTTLE).



Avec cet appareil on peut, parait-il, déterminer d'une manière pratique et commode la proportion pour cent de matière grasse contenue dans un échantillon de beurre. Les instructions fournies avec la bouteille ne donnent pas de renseignements précis sur la quantité d'acide à employer, ni sur la température à laquelle la lecture doit se faire * * Dès le début de l'expérience entreprise pour vérifier la précision de cette méthode, nous nous aperçûmes que ces détails étaient de la plus haute importance, et que les volumes de matière grasse indiqués dans le tube gradué présentaient des variations considérables, suivant la quantité d'acide employée, et surtout suivant la température à laquelle se faisait la lecture.

Interrogée par lettre à ce sujet, la verrerie de Wagner, New-York, nous fit tenir la réponse suivante : —

1. Il faut environ 2 cc. d'acide sulfurique, de force normale, pour faire le dosage au moyen du flacon-essayeur Wagner.

---

*Investigations chimiques se rapportant à l'industrie laitière entreprises en 1904. Bulletin n° 6, série du Commissaire de l'Industrie laitière, Ottawa.

**Instructions accompagnant le flacon Wagner pour l'analyse du beurre. " Après avoir taré la bouteille sur la balance, on introduit 9 grammes de beurre, sous forme solide, dans le tube latéral : (tube en forme d'entonnoir). Mettre ensuite la bouteille dans l'eau chaude. Le beurre fondra alors, et coulera au fond, après quoi on ajoutera une petite quantité d'acide, puis on placera la bouteille dans une machine centrifuge au moyen de laquelle on complètera l'opération de la même manière que pour un dosage de crême. Pour lire le gras de beurre, remplir le tube latéral en forme d'entonnoir avec de l'eau chaude qui fera monter la colonne de gras dans le tube gradué. On peut, en pressant ou en tirant doucement le bouchon de caoutchouc qui ferme le col gradué, faire mouvoir dans ce dernier la colonne de gras, et amener le bas de celle-ci au niveau du zéro qui est indiqué par l'anneau tracé à la partie inférieure du renflement de l'appareil. On peut ainsi lire le volume de matière grasse sans se servir de compas ou d'autres instruments de mesure."

2. La colonne de gras devrait être à une température d'environ 140° quand on en fait la lecture. Le moyen le plus facile de contrôler la température est de placer la bouteille, pendant environ 5 minutes, dans un bain-marie à 140°. Le contenu de la bouteille prendra la température du bain-marie.

Quantité d'acide.—Les chiffres ci-dessous représentent les résultats obtenus avec différentes quantités d'acide. La force de l'acide sulfurique employé était de 1.82-1.83 gr. sp.

Avec 2 cc. d'acide : On ne put obtenir de lecture distincte, par suite de l'effervescence et de la carbonisation partielle de la matière grasse. Dans chaque cas, le chiffre était trop élevé, c'est-à-dire plus élevé que celui de l'analyse gravimétrique. Dans certains cas l'excédent atteignait jusqu'à 2 pour cent.

Avec 1 cc. d'acide : On obtint, sans difficulté, des lectures distinctes avec cette quantité. Si on a la précaution d'ajouter l'acide lentement au beurre fondu dans la bouteille, et en agitant, il ne se produira pas d'effervescence ni de carbonisation du gras. Des essais subséquents établirent qu'un centimètre cube d'acide suffisait pour séparer complètement tout le gras du beurre.

Température de lecture.—L'exactitude des résultats du dosage avec le flacon-essayeur dépend, dans une large mesure, de la température du contenu du flacon au moment ou on lit la colonne de gras. Les chiffres suivants peuvent être cités à l'appui de cette assertion.

Matière grasse du beurre, d'après analyse gravimétrique, 84.02 pour cent.

	Matière grasse dans le flacon Wagner. Quantité d'acide employée:I c.c. Prop. p.c.
*Essai A—	
Au sortir de l'appareil Babcock, à environ 195° F.	87
**Après un séjour de 10 minutes dans de l'eau à 122° F.	84
*Essai B—	
Au sortir de l'appareil Babcock à environ 195° F.	87
Après un séjour de 10 minutes dans de l'eau à 122° F.	84
Laissé dans l'eau jusqu'à ce que la température soit descendue à 90° F.	82.4
Essai C—	
Ausortir de l'appareil Babcock, à environ 195° F.	87
Après 5 minutes de séjour dans l'eau, et lu à 140° F.	84.20
Après 5 minutes dans l'eau, et lu à 135° F.	84.15
Après 5 minutes dans l'eau et lu à 122° F.	84.00

---

*Les essais A et B furent entrepris avant la réception de la lettre de la verrerie de Wagner, déjà mentionnée. Les instructions imprimées reçues avec le flacon ne faisaient nulle mention de la température à laquelle on pouvait lire la colonne de gras.

**Au sortir de la machine, on plaça le flacon dans un récipient contenant environ 3 chopines d'eau à la température indiquée, soit 122° F. Au bout de 10 minutes la température de l'eau était abaissée de 1 ou 2 degrés.

D'autres échantillons de beurres furent ensuite essayés avec les resultats suivants:

Essai D—

	Avec méthode Wagner. Prop. p.c.	Avec l'analyse gravimétrique. Prop. p.c.
Au sortir du Babcock..	87.8	84·67
Après un séjour de 10 minutes dans l'eau à 122° F..	84.7	

Essai E—

Au sortir du Babcock..	88	85·09
Après un séjour de 10 minutes dans l'eau à 122° F..	85	

On s'est servi du même flacon pour tous les essais, bien que différents beurres aient été analysés par cette méthode. Deux flacons avaient été reçus, mais l'un d'eux se brisa dans l'appareil Babcock, au commencement de l'expérience.

En employant 1cc. d'acide, et en plaçant le flacon au sortir de la machine, dans l'eau à 122° F. pour l'y laisser 10 minutes avant de faire la lecture, on obtint du flacon mis à l'étude des résultats semblables à ceux de l'analyse gravimétrique.

Quand on se sert d'un appareil à vapeur Babcock on pourra se guider pour l'opération sur les notes suivantes :

Après avoir pesé le beurre dans le tube latéral, on met le flacon dans la machine chauffée et l'on fait fonctionner cette dernière pendant près de 2 minutes. On ajoute ensuite l'acide, goutte à goutte, en agitant continuellement le contenu de la bouteille, puis on replace le flacon dans l'appareil et l'on tourne pendant 5 minutes. On ajoute alors de l'eau pour faire monter la colonne de gras dans le col gradué, et l'on tourne de nouveau pendant 2 minutes, après quoi on sort la bouteille de l'appareil et on la place dans un bain-marie à 122° F. pendant 10 minutes. On lit alors le volume de gras.

Ces expériences avaient été faites en Juillet. En octobre la verrerie de Wagner nous fit parvenir de nouvelles instructions pour l'emploi du flacon-essayeur. Voici ces instructions :—

"Après avoir taré la bouteille sur la balance. introduire 9 grammes de beurre, sous forme solide dans le tube latéral (tube en forme d'entonnoir). Placer alors la bouteille dans de l'eau chaude et le beurre fondra rapidement et coulera dans la bouteille. Rincer la légère quantité de matière grasse qui adhère aux parois de l'entonnoir avec 8.8 cc. d'eau chaude, puis ajouter 8.8 cc. d'acide, bien mélanger, et placer la bouteille dans l'appareil. Tourner environ 5 minutes ".

On suivit ces directions pour faire le dosage d'un beurre dans lequel l'analyse gravimétrique révèlait 84.09 pour cent de matière grasse. La lecture était bonne, la ligne de démarcation nette et bien définie. Le gras ne donnait aucun signe de carbonisation.

	Proportion p.c. de matière grasse.
Lecture au sortir de la machine, à une température d'environ 186° F..	88·0
Lecture après un séjour de 10 minutes dans l'eau à 140° F..	85·8
Lecture après séjour dans l'eau jusqu'à abaissement de la température à 122° F..	85·1

Comme il serait très difficile de mesurer la quantité, de 8.8 cc., sans une pipette, ou une burette spéciale, et que, d'autre part, on peut aisément se procurer une pipette

de 5 cc., on fit un nouvel essai en employant, cette fois 5 cc., d'eau. et 5 cc. d'acide. Cet essai, comme on pourra s'en rendre compte en examinant les chiffres ci-dessous, donna des résultats aussi bons que le précédent :—

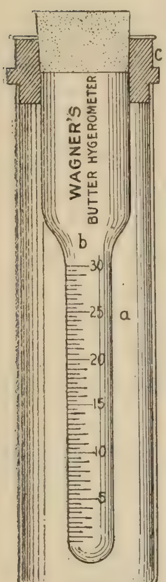
	Proportion p.c. de gras
Lecture au sortir de la machine, à une température d'environ 186° F.	88·0
Lecture après un séjour de 10 minutes dans de l'eau à 140° F. . . .	85·2
Lecture après séjour dans l'eau jusqu'à abaissement de la température à 122° F.	85·0

La ligne de séparation était nette, et la matière grasse d'une bonne couleur.

D'après ce qui précède, il est évident que l'on peut obtenir une bonne lecture, aussi bien avec 1 cc. d'acide qu'avec 5 cc. ou 8.8 cc. pourvu que l'on ajoute en premier lieu un volume égal d'eau chaude au beurre fondu.

On remarquera que la température à laquelle on fait la lecture est un détail très important, et nous conseillons, à ce sujet, de placer le flacon essayeur, au sortir de la machine, dans un récipient contenant de 2 à 3 pintes d'eau à 122°.F. On maintient l'eau à 122° F. pendant au moins 10 minutes, afin de permettre au contenu de la bouteille d'atteindre cette température, puis on lit le gras. L'appareil Babcock employé pour cette étude était actionné directement par la vapeur, la vapeur d'échappement élevant la température des épreuves, comme il a déjà été expliqué.

L'HYGROMÈTRE À BEURRE WAGNER.



Cet instrument très simple a été imaginé pour doser la proportion d'eau dans le beurre. La description et les directions suivantes sont reproduites de la circulaire imprimée, fournie avec l'appareil.

"La gravure ci-contre représente une coupe en travers de l'instrument. Le bain "a" est rempli d'eau à 140 degrés Farenheit ; la partie inférieure du tube "b" porte une échelle graduée à partir de 0.30 pour cent sur laquelle on lit la proportion d'eau que contient l'échantillon. L'extrémité supérieure du tube est munie d'un bouchon en caoutchouc mou, qui ferme très juste. Le support "c" empêche le tube gradué de tomber dans le bain-marie.

L'opération se fait de la manière suivante : On pèse 18 grammes de beurre dans le tube gradué, et après avoir bouché ce dernier avec le bouchon élastique, on le suspend, au moyen du support en caoutchouc, dans le cylindre que l'on a auparavant rempli d'eau à environ 140 degrés Farenheit. Dès que le beurre est complètement fondu, on place l'instrument dans une machine Babcock, et l'on tourne pendant environ 10 minutes. Si l'on se sert d'un Babcock à main il faudra réchauffer l'eau du bain-marie deux ou trois fois pendant l'opération ; l'eau que renferme le beurre se réunira bientôt au fond du tube gradué, et on pourra en lire le volume directement sur l'échelle. Quand on opère sur du beurre salé, il faudra soustraire 2 pour cent pour le sel".

Quatre hygromètres furent mis à l'essai, et la première épreuve donna les résultats suivants :—

Hygromètre—au sortir de la machine (turbine à vapeur)—

N° 1	15	p.c. d'eau
N° 2	15	"
N° 3	15·5	"
N° 4	14·5	"

Après avoir laissé les cylindres pendant dix minutes dans de l'eau à 140 degrés Farenheit, les lectures révélaient une diminution uniforme de 0.5 pour cent sur les chiffres ci-dessus.

(D'après l'analyse gravimétrique la proportion pour cent d'eau était de 13.13).

Si, nous conformant aux directions imprimées, nous retranchons de ces montants le chiffre 2 représentant la proportion de sel, nous obtenons :

	Proportion p.c.
N° 1	13·0
N° 2	13·0
N° 3	13·5
N° 4	12·5

Le caillé ne s'étant pas déposé d'une façon régulière, la lecture était très difficile. Il n'y avait, dans aucun cas, de ligne de démarcation bien tranchée entre l'eau et le gras. En outre, quand on sortit la bouteille de la machine la ligne de division entre l'eau mélangée de caillé et le gras était à un angle aigu dans la partie graduée du tube. On essaya différents traitements dans le but d'obtenir une ligne de séparation horizontale, mais aucun ne fut efficace. Par suite de cette circonstance les lectures n'étaient donc qu'approximatives.

Le 6 septembre, après l'expérience qui vient d'être décrite, la verrerie de Wagner nous transmit de nouvelles directions relatives à l'emploi de son appareil, et que nous reproduisons ci-après :—

Directions à suivre pour faire correspondre la lecture de l'hygromètre à Beurre Wagner avec l'analyse chimique.

"On remarquera qu'il y a une couche d'eau distincte, ainsi qu'une couche distincte de caséine (la caséine est combinée avec de l'eau). Dans chaque pour cent d'eau et de caséine combinées indiquées sur l'hygromètre, il y a 0.1 pour cent de caséine. Nous sommes arrivés à ce résultat en isolant la caséine de la combinaison d'eau et de caséine par la dessication. Par exemple, si l'hygromètre à beurre indique :

	Pour cent.
Une ligne nette d'eau de	6
Une ligne nette d'eau et de caséine combinés de	11
La proportion d'eau serait de	15·9
Caséine (séchée en poudre)	1·1
Gras de beurre présent	83

Si l'on ne tient pas à déterminer la proportion de caséine présente dans le beurre, on pourra comprendre, en lisant la proportion d'eau, le volume d'eau claire ainsi que celui d'eau et de caséine mélangées. Si l'hygromètre indique 14 pour cent d'humidité, la proportion de gras sera de 86 pour cent."

Nous fimes alors de nouveaux essais, et dans ce but, nous choisimes deux beurres dont l'un contenait une forte proportion d'eau et l'autre une proportion moyenne.

Le beurre A. révélait 18.17 pour cent d'eau à l'analyse gravimétrique :—

N° 1.	Lecture de la ligne d'eau	15
	Lecture du mélange d'eau et de caséine	21

21— ·6 = 20·4 — 2 pour cent pour le sel = 18·4

N° 2. Lecture de la ligne d'eau. 16
Lecture du mélange d'eau et caséine. . . . . 20·5
20·5 — ·45 = 20·05 — 2 pour cent pour le sel = 18·05

N° 3. Lecture de la ligne d'eau. 14
Lecture du mélange d'eau et de caséine. 21
21 — ·7 = 20·3 — 2 pour cent de sel = 18·3

N° 4. Lecture impossible par suite de l'incertitude de la ligne de séparation entre l'eau et la matière grasse. Dans un autre essai de lecture, au sortir des cylindres de la machine, on éprouva de nouvelles difficultés par suite de la position oblique de la ligne de séparation.

Des duplicata de ces essais ne furent pas satisfaisants, ainsi que le montrent les résultats suivants :—

N° 1. Lecture de la ligne d'eau. 13
Lecture de la ligne d'eau et de caséine mélangées. . . . 17
17 — ·4 = 14·6 — 2 pour cent de sel = 14·6

N° 2. Lecture de la ligne d'eau. 13
Lecture de la ligne d'eau et de caséine mélangées. . . . 20
20 — ·7 = 19·3 — 2 pour cent de sel = 17·3

N° 3. Lecture de la ligne d'eau. 15
Lecture de la ligne d'eau et de caséine mélangées. . . . 20
20 — ·5 = 19·5 — 2 pour cent de sel = 17·5

N° 4. Lecture impossible, par suite de la séparation imparfaite des couches.

Il n'y eut qu'un petit nombre de ces essais qui donnèrent une lecture certaine. Dans la plupart des cas, la séparation entre la matière grasse, l'eau et la caséine était si confuse qu'on ne pouvait faire qu'une approximation.

Après un usage répété des cylindres, on constata que les bouchons en caoutchouc mou avaient une forte tendance à sortir durant les révolutions de l'appareil Babcock, causant ainsi la perte de l'expérience.

Dosages du beurre B. révélant à l'analyse gravimétrique 13·06 pour cent d'eau.

Appareil N° 1. Aucune ligne de démarcation entre l'eau et le mélange d'eau et de caséine ; la lecture de la colonne liquide donnait 18·5 pour cent.

Note.—Si ceci doit être considéré entièrement comme de l'eau (voir direction ci-dessus), et que l'on déduise 2 pour cent pour le sel, la lecture corrigée pour l'eau donnerait 16·5 pour cent.

Appareil N° 2. Lecture de la ligne d'eau. 6
Lecture de la ligne d'eau et de caséine mélangées. . . . 16
16 — 1·0 = 15 — 2 pour cent de sel = 13 pour cent.
Appareil N° 3. Lecture de la ligne d'eau. 6
Lecture de la ligne d'eau et de caséine mélangées. . . . 16
16 — 1·0 = 15 — 2 pour cent de sel = 13 pour cent.
Appareil N° 4. Lecture de la ligne d'eau. 6
Lecture de la ligne d'eau et de caséine combinées. . . . 16·5
16:5 — 1·05 = 15·45 — 2 pour cent de sel = 13·45 pour cent.

Quelques-unes de ces lectures étaient de simples approximations, par suite de l'incertitude, ou du manque de netteté de la ligne de séparation entre les différentes couches.

Après une longue expérience dans l'emploi de cet hygromètre, nous ne pouvons nous prononcer en sa faveur d'une manière catégorique. Il est vrai que dans un cer-

tain nombre d'épreuves, les chiffres donnés par les lectures, après calcul, s'approchaient assez de la vraie proportion d'eau pour être acceptables dans la pratique, mais la difficulté d'obtenir des couches distinctes, facilement lisibles, semble trop grande pour que cet instrument puisse être de quelque utilité à l'entrepôt ou à la laiterie, où il est essentiellement à désirer que les lectures soient non seulement précises, mais qu'elles puissent être faites facilement et rapidement.

Je tiens à exprimer mes remerciments à M. A. T. Charron, assistant chimiste, pour l'aide précieuse qu'il m'a prêtée au cours de ces recherches.